

FACTSHEET



Stickstoffbestimmung in Proteinen nach Kjeldahl

Einleitung

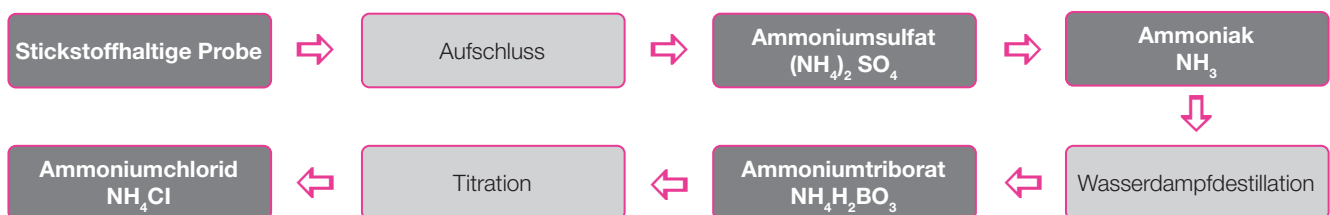
Das Kjeldahl-Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Stickstoffgehalts wurde vom gleichnamigen Chemiker bereits im Jahr 1883 publiziert.¹

Die Methode ermöglicht die Stickstoffbestimmung in einer Vielzahl verschiedener stickstoffhaltiger Matrices. Aufgrund ihrer Vielseitigkeit sowie hohen Präzision findet sie in ganz unterschiedlichen Bereichen Anwendung. So kommt das Verfahren sowohl bei der Prüfung von Lebens- und Futtermitteln als auch bei Umweltproben oder Pharmazeutika zum Einsatz.

Funktionsprinzip

Das Verfahren besteht prinzipiell aus drei Schritten. Zuerst erfolgt der Aufschluss der zu analysierenden Probe mittels Schwefelsäure (Schritt 1). Der in der Probe enthaltene Stickstoff wird so in Ammoniumsulfat überführt welches anschliessend durch die Zugabe von Natriumhydroxid in Ammoniak umgewandelt wird. Als nächstes wird eine Wasserdampfdestillation vorgenommen (Schritt 2). Diese ermöglicht den Ammoniak und mit ihm den in der Probe ursprünglich enthaltenen Stickstoff aus der Aufschlusslösung in eine Titrierlösung zu überführen. Nach erfolgter Titration (Schritt 3, Graphik 1) kann anhand der Menge an verbrauchter Titrierlösung die Stickstoffmenge berechnet werden.

Graphik 1: Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl



Stickstoffbestimmung gemäss Kjeldahl im Rahmen von GMP

Um die Analytik im Rahmen von GMP durchführen zu können, ist eine produktspezifische Validierung notwendig. Der Validierungsprozess für das Kjeldahl-Verfahren ist anspruchsvoll und erfordert hohe analytische Sorgfalt. Insbesondere die folgenden Schlüsselaspekte sind zu beachten:

- **Vollständiger Aufschluss des Probenmaterials**
⇒ **Steuerung über die Linearität resp. Aufschlusszeit möglich**
- **Aufnahme des gesamten Stickstoffs während der Destillation**
⇒ **Steuerung über die Linearität resp. Destillationszeit möglich**
- **Titration auf die korrekte Farbe**
⇒ **Steuerung über die Wiederholpräzision* möglich**

* Wiederholungspräzision ist als relative Standardabweichung definiert und beträgt $\leq 2.0\%$ für reguläre Präzision und $\leq 3.0\%$ für Laborpräzision.

Darüber hinaus wird im Rahmen eines Vorversuchs sichergestellt, dass die Aufschlusszeit resp. Destillationszeit ausreichend ist um einen Einfluss von geringfügigen Schwankungen der Einwaage auf die Analysenqualität auszuschliessen.

Nach Abschluss des Vorversuchs werden in der eigentlichen Validierung die folgenden Parameter abgesichert:

- **Selektivität (mittels Blindwert)**
- **Linearität (80%-120%)**
- **Wiederholpräzision (n=6) und Laborpräzision (n=2 x 6)**
- **Richtigkeit in Kombination mit Präzision (3x80%, 6x100%, 3x120%)**
- **Arbeitsbereich (80%-120%)**
- **Robustheit (beinhaltet Variation der Aufschlusszeit/ Destillationszeit sowie Konzentration der Probelösung welche über die Linearität geprüft wird)**

Eckdaten Stickstoffbestimmung gemäss Kjeldahl bei Interlabor Belp AG

Die Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl gemäss Ph.Eur. kann zu den folgenden Konditionen angeboten werden:

- Analysenqualität: ISO 17025 oder GMP
- Bearbeitungsdauer: 15 Werktage ab Probeneingang
- Analysenpreis für die Routine-Analytik: 540 CHF pro Probe

Je nach Projekt können unterschiedliche Analysenqualitäten (ISO 17025 oder GMP) und Bearbeitungszeiten (Methodenentwicklung- und Validierung etwa 8-12 Wochen) angeboten werden. Gerne beraten wir Sie in einem persönlichen Gespräch.

Quellen

1. J. Kjeldahl, *Neue Methode zur Bestimmung des Stickstoffs in organischen Körper*, Zeitschrift für Analytische Chemie, 22(1)/1883, S. 366–382.



INTERLABOR BELP AG



Interlabor Belp AG

Aemmenmattstrasse 16
3123 Belp, Schweiz
Tel. +41 (0)31 818 77 77
www.interlabor.ch
info@interlabor.ch

Öffnungszeiten

Montag bis Freitag
07.30 – 12.00 Uhr
13.30 – 17.00 Uhr